



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1237676** **A1**

(5D 4 C 08 F 218/16, C 12 H 1/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3785677/23-05

(22) 30.08.84

(46) 15.06.86. Бюл. № 22

(71) Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева и Институт теоретических проблем химической технологии АН АзССР

(72) Н. А. Бабаев, А. И. Мартыненко, С. К. Плужнов, А. А. Эфендиев, Д. А. Топчиев и В. А. Кабанов

(53) 678.812.44(088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР

№ 1047912, кл. C 12 H 1/02, 1982.

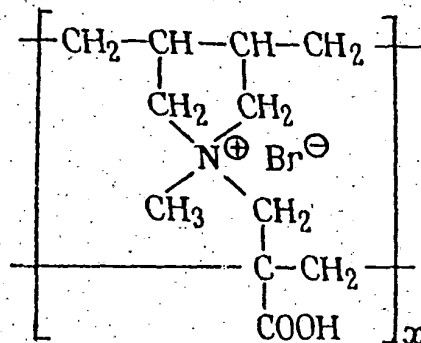
Патент США № 2687382, кл. 260-2.1, опублик. 1964.

Авторское свидетельство СССР

№ 910664, кл. C 08 F 218/16, 1980.

(54) СПИТЫЙ ПОЛИ-{N,N-ДИАЛЛИЛ-[N-(2-КАРБОКСИАЛЛИЛ)]-N-МЕТИЛАММОНИЙБРОМИД} В КАЧЕСТВЕ ФЛОКУЛЯНТА И ОБЕССОЛИВАЮЩЕГО АГЕНТА

(57) Сшитый поли-{N,N-диаллил-[N-(2-карбоксиаллил)]-N-метиламмоний-бромид} общей формулы



со степенью набухания в воде 200-300% в качестве флокулянта и обессоливающего агента.

BEST AVAILABLE COPY

(19) **SU** (11) **1237676** **A1**

Изобретение относится к химии полимеров, а именно к полимеру N,N-диаллил- γ -N-(2-карбоксиаллил)- γ -N-метиламмонийбромида (ПДБ) в качестве флокулянта для пищевых напитков, и может быть использовано в пищевой промышленности, в частности в виноделии.

Целью изобретения является создание полимерного флокулянта и обессоливающего агента для пищевых напитков.

ПДБ получают полимеризацией мономера (ДБ) четвертичной аммониевой соли - N,N-диаллил- γ -N-(2-карбоксиаллил)- γ -N-метиламмонийбромида в присутствии инициаторов свободнорадикальной полимеризации (персульфата аммония или динитрила азобисизомасляной кислоты). Полимеризацию проводят при 55-70°C. Конечный продукт представляет собой нерастворимый в воде гель со степенью набухания 200-300%.

Пример 1. 5,0 г N,N-диаллил- γ -N-(2-карбоксиаллил)- γ -N-метиламмонийбромида растворяют в 20 мл воды и добавляют 0,023 г инициатора - персульфата аммония. Полученный раствор помещают в ампулу и после тщательного удаления воздуха (вакуум 10⁻⁴ мм рт.ст.) или продувки аргоном ампулу запаивают и помещают в термостат с температурой 60°C. Через 60 мин полученный полимер представляет собой белое твердое вещество, при взаимодействии с водой образующее водонерастворимый гель. Выход продукта 85%. Степень набухания 200%.

Найдено, %: C 47,30; H 6,60; N 5,05; Br 29,0.

$C_{18}H_{28}O_2NBr$.

Вычислено, %: C 47,84; H 5,57;

20 N 5,10; Br 28,90.

Характеристические полосы в ИК-спектре поли- γ -N,N-диаллил- γ -N-(2-карбоксиаллил)- γ -N-метиламмонийбромида приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Группа	Тип колебания	Волновое число в максимуме (макс.) см	Литературные данные
Br ⁻ - N	γ Br-N	620	-
N ⁺ - C	γ N-C	860	-
COOH	γ C=O	1700	1685-1715
	γ C-O (H)	1170	1200-1300

Отсутствие в ИК-спектре полимера полос, характеризующих колебание C-C связей, свидетельствует об отсутствии непрореагировавших двойных связей.

Пример 2. Все операции осуществляют аналогично примеру 1, но в качестве инициатора берут динитрил азобисизомасляной кислоты. Продолжительность реакции 90 мин. Полученный полимер - нерастворимый в воде гель со степенью набухания 300%, выход продукта 83%.

Пример 3. При непрерывном перемешивании в 1000 мл воды, содержащей 0,025 моль/л хлоридов Na и K, вводят полимер, полученный по примеру 1. После фильтрации раствора опре-

деляют остаточное содержание солей Na и K в фильтрате.

Данные по обессоливающим свойствам ПДБ и других известных полимеров приведены ниже.

Степень обессоливания сополимера-прототипа, %: диметилдиаллиламмонийхлорид с акриловой кислотой 35; диметилдиаллиламмонийхлорид с метакриловой кислотой 60.

Степень обессоливания сшитого сополимера диметилдиаллиламмонийхлорида и метакриловой кислотой 63%, а ПДБ 85%.

Из представленных данных следует, что ПДБ является более эффективным обессоливающим агентом, чем сополимеры-прототипы. При этом получение

ПДВ происходит одностадийно (не требуется введение смешивающего агента) и, кроме того, возможна его регенерация, что позволяет использовать его многократно в отличие от сополимеров-прототипов, применяемых для тех же целей. При этом в отличие от предложенных в прототипе водорастворимых полимеров не исключена возможность загрязнения обработанных полимерным гелем сточных вод остаточным количеством полимера.

Пример 4. При непрерывном перемешивании в вино вводят свитый катионный флокулянт (ПДВ), полученный по примеру 1, в количестве 0,002% (20 мг флокулянта на 1 л вина). В качестве нестабильных вино-материалов выбраны портвейны "Кавказ"

и "Агдам". Оптимальные количества флокулянта составляют 20-30 мг/л. Процесс осветления и стабилизации вино-материалов сопровождается образованием крупного хлопьевидного осадка. После фильтрации вино-материалов проведены сравнительные химические анализы контрольных и обработанных образцов, из которых следует, что флокулянт в значительной степени удаляет железо - основной источник металлических помутнений. Содержание этого металла снижается в 20-30 раз. Существенно снижается также количество белка (~40%) и полифенольных соединений (~на 60%). Обработанные вино-материалы имеют характерную для сорта окраску, прозрачны и не обла-дают посторонним тоном (табл. 2).

Т а б л и ц а 2

Вино-материалы	Содержание белка, мг/л			Содержание полифенолов, мг/л			Содержание железа, мг/л		
	Конт-роль	ПДМААХ* (30 мг/л)	ПДВ (20 мг/л)	Конт-роль	ПДМААХ (30 мг/л)	ПДВ (20 мг/л)	Конт-роль	ПДМААХ (30 мг/л)	ПДВ (20 мг/л)
Портвейн "Агдам"	48,0	36,0	25,4	85,0	71,2	31,2	7,8	2,8	0,3
Портвейн "Кавказ"									
Белый	34,0	24,0	18,6	94,2	68,3	32,4	8,4	2,1	0,18

Известный полимер - поли-диметилдиаллил-аммонийхлорид.

Таким образом, изобретение приводит к новым флокулянтам, обладающим

обессоливающими свойствами, которые могут быть использованы в очистке растворов.

Редактор М. Бандура

Составитель В. Чупов
Техред О.Сопко

Корректор И. Эрдейи

Заказ 3259/30

Тираж 470

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4

BEST AVAILABLE COPY